

Zeitschrift für angewandte Chemie.

XIX. Jahrgang.

Heft 40.

5. Oktober 1906.

Alleinige Annahme von Inseraten bei August Scherl, G. m. b. H., Berlin SW 68, Zimmerstr. 37/41 und Daube & Co., G. m. b. H., Berlin SW 68, Jerusalemerstr. 53/54.

sowie in deren Filialen: **Bremen**, Obernstr. 16. **Breslau**, Schweidnitzerstr. 11. **Dresden**, Seestr. 1. **Elberfeld**, Herzogstr. 38. **Frankfurt a. M.**, Kaiserstr. 10. **Hamburg**, Alter Wall 176. **Hannover**, Georgstr. 39. **Kassel**, Obere Königstr. 27. **Köln a. Rh.**, Hohestr. 146. **Leipzig**, Petersstr. 19, I. **Magdeburg**, Breiteweg 184, I. **München**, Kaufingerstr. 25 (Domfreiheit). **Nürnberg**, Kaiserstr. Ecke Fleischbrücke. **Straßburg i. E.**, Gießhausgasse 18/22. **Stuttgart**, Königstr. 11, I. **Wien I**, Graben 28. **Würzburg**, Franziskanergasse 5^½. **Zürich**, Bahnhofstr. 89

Der Insertionspreis beträgt pro mm Höhe bei 45 mm Breite (3 gespalten) 15 Pfennige, auf den beiden äußeren Umschlagseiten 20 Pfennige. Bei Wiederholungen tritt entsprechender Rabatt ein. Beilagen werden pro 1000 Stück mit 10.50 M für 5 Gramm Gewicht berechnet; für schwere Beilagen tritt besondere Vereinbarung ein.

INHALT:

Dr. Stockmeier: Über die Explosionen in der Aluminiumbronze farbenindustrie 1665.

M. Dennstedt u. F. Haßler: Zur Schwefelbestimmung im Pyrit 1668.

H. Haehn: Vakuumdestillierapparatur für feste Stoffe 1669.

S. Littmann: Zuschrift an die Redaktion 1670.

78. Versammlung deutscher Naturforscher und Ärzte zu Stuttgart (Schluß).

Abteilungssitzungen der naturwissenschaftlichen Hauptgruppe 1670.

Abteilungssitzungen der medizinischen Hauptgruppe 1687.

Wirtschaftlich-gewerblicher Teil:

Tagesgeschichtliche und Handelsrundschau: Berlin, Essen; — Handelsnotizen 1689; — Dividenden; — Personal- und Hochschulnachrichten; — Neue Bücher; — Bücherbesprechungen 1691; — Patentlisten 1692.

Verein deutscher Chemiker:

Bezirksverein Hannover: Besuch des American Institute of Mining Engineers in Hannover am 18./8. 1906 1695. Berichtigungen 1696.

Über die Explosionen in der Aluminiumbronze farbenindustrie.¹⁾

Von Prof. Dr. STOCKMEIER.

(Eingeg. d. 16.6. 1906.)

Die Gewinnung der Aluminiumbronze farbe oder, wie sie kurzweg genannt wird, der Aluminiumbronze, nicht zu verwechseln mit der Legierung aus Kupfer und Aluminium, die gleichfalls unter dem Namen Aluminiumbronze segelt, ist besonders in früheren Jahren von teilweise sehr heftigen Explosionsvorgängen begleitet worden, die mich seit längerer Zeit zum Studium dieser Vorgänge veranlaßten, so daß ich bereits darüber im Jahre 1899 auf der Versammlung der freien Vereinigung bayerischer Vertreter der angewandten Chemie in Speyer, und im Jahre 1904 im Anhange zum Jahresberichte des bayerischen Gewerbemuseums Mitteilungen brachte. Die Herstellung der Aluminiumbronze schließt sich enge an die der schon längst im Handel vorkommenden Bronzefarben aus Kupfer, Legierungen von Kupfer und Zink, von Zinn, sowie solchen von Zinn und Zink an. Das als Blech, Granalien, oder in einer sonstigen, für die Zerkleinerung besonders geeigneten Form vorliegende Aluminium wird zunächst in sogenannten Stämpfen zerstoßen. Die Stämpe be- stehen aus verhältnismäßig kleinen, starkwandig gebauten Eisenkästen, in welchen mit Hilfe einer Stahlstange durch senkrecht geführte Stöße die Zerkleinerung des Metalles herbeigeführt wird. Das

gestampfte, pulverförmige Metall wird alsdann entweder in sogenannten Sortermühlen — zylindrischen Siebtrommeln —, welche in Holzkästen eingebaut sind, gesiebt oder in Steigmühlen einer Sortierung unterworfen. Die Steigmühlen stellen aufrecht stehende Eisenblechzylinder, von $1\frac{3}{4}$ bis $2\frac{1}{2}$ m Höhe und 60 cm Durchmesser vor. Auf dem Boden der Steigmühle bewegt sich eine Bürste, welche an einer senkrechten Welle befestigt ist. Bei den nunmehr zur Einführung gelangenden Steigmühlen fällt die Bürste weg; An der Welle befinden sich bei älteren Steigmühlen 6—8 Flügel in einer Ebene, welche nahe bis an die Wandung des Zylinders reichen; bei Steigmühlen neuester Konstruktion sind diese Flügel nicht mehr vorhanden. An verschiedenen Stellen der Zylinderwandung sind leicht wegnahmbar Becher angebracht. Bei dem Gange der Welle wird das am Boden befindliche, gewöhnlich seitlich eingeführte Bronzepulver durch die hervorgerufene Bewegung nach oben geführt, wo sich dasselbe, je nach seinem Feinheitsgrade, in die verschiedenen Becher absetzt. Die so gewonnenen Produkte werden, falls es sich nicht um die Gewinnung außerordentlich feiner Bronzen handelt, direkt in Poliermühlen zur Erzielung eines Glanzes gebracht, wo sie unter Hinzugabe von Fettsubstanzen, wie Olivenöl, Paraffinöl, Schweinefett usw. eine Polierung erfahren. Die Poliermühlen stellen entweder stehende oder liegende eiserne Zylinder von verschiedenen Dimensionen vor, auf deren Boden bzw. an deren innerer Wandung Bürsten schleifen. Die Bürsten sind aus starken Borsten hergestellt und an einer Welle befestigt. Bei der Gewinnung feiner Bronzen wird vor dem Polieren ein Reibprozeß in sogenannten Reibmühlen durchgeführt. Letztere sind offene, gleichfalls zylindrisch geformte Apparate von geringer Höhe. Der bewegliche Boden derselben besteht aus einer Granitplatte von 15 cm Dicke. Diese dreht sich gegen mehrere, an einer Achse befindliche Kegelstumpfe, welche ebenfalls aus Granit bestehen. In diesen Reibmühlen wird

¹⁾ Vortrag, gehalten auf der Hauptversammlung des Vereins deutscher Chemiker zu Nürnberg, am 7./6. 1906.

Litteratur: K a y s e r , Z. öff. Chem. 3, 93 (1897); S t o c k m e i e r , Bayer. Gewerbezeitung 11, 261 (1898). u. Z. Unters. Nahr.- u. Genußm. 2, 49 (1899); S t o c k m e i e r , Jahresber. des bayer. Gewerbemuseums 1904, Ausstellungszeitung und technol. Mitteil. des bayer. Gewerbemuseums 1905, 15; R i c h t e r , Chem.-Ztg. 30, 324 (1906); S t o c k m e i e r , Chem.-Ztg. 30, 385 (1906).

das aus den Steig- oder Sortermühlen kommende Aluminiumbronzeulver mit einer dicken Lösung von Gummi arabicum abgerieben. Das fein geriebene Pulver wird nach Beendigung des Reibprozesses mit Wasser ausgewaschen, um anhaftendes Gummi arabicum wegzubringen, wobei es sich, je nach seinem Feinheitsgrade, verschieden rasch absetzt. Die feinste Bronze, der sogenannte Schliff, setzt sich am langsamsten zu Boden und bleibt am längsten mit dem Wasser in Berührung. Das ausgewaschene Pulver wird zunächst an der Luft, dann auf Trockenöfen getrocknet und schließlich in Polermühlen glänzend poliert.

Um die vielfachen, bedauerlicherweise manchmal mit Verlust an Menschenleben verknüpften Brandkatastrophen verstehen zu können, ist zunächst die Frage in Betracht zu ziehen, wie sich das Aluminiumbronzeulver gegen Entzündungsvorgänge und Erschütterungen verhält. Durch Stoß, Schlag und Reibung kann das Aluminium nicht zur Entzündung gebracht werden. Anders gestaltet sich die Sachlage, wenn Aluminiumbronze mit Sauerstoff abgebenden Körpern, wie z. B. chlorsaurem Kalium, gemengt ist; dann ist sie durch Stoß und Schlag entzündbar. Das gewöhnliche, im Handel vorkommende gröbere Produkt, die Aluminiumbronze, zeigt, je nach ihrem Feinheitsgrade eine verschieden hohe Entzündungstemperatur. Bei den von mir verwendeten Proben wurde die Entzündungstemperatur bei 480—490° festgestellt; diese Angaben sind selbstverständlich keine bindenden; sie hängen nicht nur von der Art des Produktes, sondern auch von der Versuchsausführung ab. Jedenfalls gelingt es aber nicht, die gewöhnliche Bronze auf einen Haufen aufgeschichtet, mit einer Flamme zum Entglimmen zu bringen, während das feinste Produkt, der bereits erwähnte Schliff mit einem Zündhölzchen in Glut gesetzt werden kann. Seine Entzündungstemperatur wurde von mir bei 230° beobachtet. Das Aluminium verbrennt unter Bildung einer enormen Wärmeentwicklung; darüber hat bereits eingehend Goldschmidt berichtet, welcher die bei der Verbrennung des Aluminiums entstehende hohe Temperatur in verschiedener Hinsicht technisch verwertet. Ebenso wie Aluminiumschliff verhält sich der Aluminiumstaub, ein Abfallprodukt, das infolge der Undichtheit der Maschinen und Apparate bei der Fabrikation abfällt. Aluminium kann, unbekümmert um seinen Feinheitsgrad, leicht zum Verbrennen gebracht werden, wenn man es in eine Flamme einbläst. Wird in der Luft verstäubtes Aluminium in geschlossenen Räumen, also gewissermaßen in gespanntem Zustande, durch eine Flamme oder einen Funken zur Entzündung gebracht, so tritt eine heftige Explosion ein. Auf die derart entstehenden Staubexplosionen habe ich schon im Jahre 1897 hingewiesen.

Um die Verbrennlichkeit des fein zerstäubten Aluminiums in der Luft zu zeigen, läßt sich mit Vorteil der von Weber²⁾ angegebene Apparat benutzen, zur Demonstration der Staubexplosionen in Polermühlen der von mir konstruierte Apparat, über den ich in der Beilage zum Jahresberichte des

bayerischen Gewerbemuseums ausführlich berichtet habe, und der im wesentlichen aus einer drehbaren Glaskugel mit 2 Tuben besteht, durch welche starke Kupferstifte in das Innere der Kugel geführt werden. Die Kugel dient zur Aufnahme des Bronzepulvers oder Schliffes; die Kupferstifte werden mit den Polenden eines Induktionsapparates verbunden und dienen dazu, um durch den sich in der Kugel bewegenden Aluminiumstaub nach dem Schließen des elektrischen Stromes mittels des elektrischen Funks die Explosion zu veranlassen.

Bei der Herstellung des Schliffes muß das anhaftende Gummi arabicum durch Auswaschen mit Wasser entfernt werden, wie ich bereits angegeben habe. Hierbei ist nun besonders in den Sommermonaten wiederholt eine Oxydation des Aluminiums unter Zersetzung des Wassers und Bildung riesiger Wasserstoffmengen beobachtet worden.

1 kg Aluminiumbronze liefert der Theorie nach 1240 l Wasserstoff. Trotz der gewaltigen Mengen von Wasserstoff, die hierbei frei werden, haben die Vorgänge noch niemals zu einer Katastrophe geführt, weil sich die Gefäße entweder im Freien oder in gut gelüfteten Räumen befanden, und so der Wasserstoff raschen Abzug fand, bevor durch Zufall eine Zündung herbeigeführt wurde. Zudem machte man die Beobachtung schon sehr frühzeitig und traf demgemäß Vorbeugungsmaßregeln, besonders durch die Verwendung von Eiswasser. Aber auch gewöhnliche Aluminiumbronze wirkt auf Wasser bereits bei 30° Wärme ein; die Intensität der Wasserstoffentwicklung hängt hierbei von der Feinheit der Bronze, der Temperatur des Wassers und der Natur des Polierfettes ab. Selbstverständlich können auch noch andere Ursachen in Betracht kommen; so habe ich in der letzten Zeit gefunden, daß die mannigfach mit Aluminiumbronze zur Mitverwendung gelangende Zinkbronze die Wasserzerstzung begünstigt. Zur Zersetzung von 1 kg Aluminium sind 2 l Wasser notwendig. Abgesehen von der Arbeit des Auswaschens des Schliffes sind solche großen Wassermengen bei der Fabrikation des Aluminiumpulvers nicht vorhanden; nur in den Reimbühlen spielt die Gegenwart der Gummi arabicum-lösung noch eine größere Rolle, denn dort treffen auf 5 T. Bronze 4 T. Wasser. Tatsächlich wurden auch bereits in Reimbühlen Wasserzerstüngungen durch Aluminiumbronze unter Bildung von Aluminiumhydroxyd beobachtet. Geringe Mengen von Feuchtigkeit sind aber in jedem Aluminiumbronzeulver und besonders im Schliffe vorhanden.

Nach meinen Wahrnehmungen besitzt das Aluminiumbronzeulver bis zu einem gewissen Grade die Eigenschaft eines hygroskopischen Körpers. Gröbere Bronzen können aus feuchter Luft bis 1,40%, Bronzeschliff bis zu 2,38% Wasser aufnehmen, ohne daß die Produkte feucht erschienen. Dieser natürliche Wassergehalt könnte als Quelle einer Wasserstoffbildung im Auge behalten werden. Indessen ist es mir bisher nicht gelungen, unter den verschiedenen Versuchsanordnungen hierbei eine nennenswerte Wasserstoffentwicklung zu konstatieren. Lediglich aus dem Bronzeschliff mit 2,38% Wasser hatte sich beim Erwärmern auf 100° eine sehr geringe Menge Wasserstoff gebildet, welche aber nur 4,1% der theoretischen betrug. Diese Menge kann aber unter Berücksichtigung der in Polier- und Steig-

²⁾ Weber, Verh. Ver. Beförd. d. Gewerbelei. 1878, 83.

mühlen zur Verarbeitung gelangenden Bronzemengen und der Raumverhältnisse niemals eine Explosion veranlassen. Dagegen wurde beobachtet, daß Aluminiumschliff, der aus dem Sedimenttiergefäß kam, also noch das Aussehen einer Paste besaß, beim Trocknen auf einem Dache nach kurzzeitiger Sonnenbestrahlung eine heftige Zersetzung des anhaftenden Wassers veranlaßte. Aber wenn auch die Wasserstoffentwicklung auf Grund der bisherigen Versuchsergebnisse die Annahme einer Knallgasexplosion nicht stützen kann, so würde es doch gewagt erscheinen, eine solche in das Gebiet der Fabel zu verweisen; bei der Arbeit im Großen können möglicherweise die Prozesse auch anders verlaufen, da es sich dort um größere Mengen handelt und sich das Metallpulver in stetiger Bewegung befindet.

Die meisten bisher vorgekommenen Explosionen vollzogen sich in Steigmühlen, einige rasch hintereinander verlaufende in Polermühlen älterer Konstruktion. In 2 Fällen wurden Staubexplosionen durch das Brechen der Flügel von Exhaustersen veranlaßt. Bei diesen wurde in sehr bedauerlicher Weise der Aluminiumstaub bzw. die Bronze durch die Exhaustersen hindurchgeführt. Bei den Explosionen in Steigmühlen älterer Konstruktion konnte leicht nachgewiesen werden, daß die Funkenbildung durch das Anschlagen der Flügel an die Wandung, bei den liegenden Polermühlen älterer Konstruktion (Quirini-Schmidt) durch Verschrägung der Bürste und Anschlagen derselben an die Wandung veranlaßt wurde. Nach der Änderung der Polermühlen traten die Explosionen zurück, so daß in ihnen innerhalb 8 Jahren nur mehr eine auftrat. Aber auch die Explosionen in den Steigmühlen verminderten sich in dem Maße, als die Flügel von der Welle entfernt wurden. Ein Explosionsvorgang war dadurch veranlaßt, daß im Augenblicke des Ziehens des Schiebers, wodurch die am Boden liegende Bronze in einen darunter befindlichen Kasten fällt, Entzündung eintrat. Auch hier muß man der Sachlage nach an eine Funkenbildung auf mechanischem Wege denken.

Ein im vorigen Jahre in einer Polermühle vorgekommener Explosionsvorfall, welcher eine einwandsfreie Erklärung durch Funkenbildung auf mechanischem Wege nicht zuließ, veranlaßte Dr. Richter zur Annahme, daß Reibungselektrizität unter den Zündungsursachen die Hauptrolle spielt. An eine Zündung durch elektrische Wirkung wurde, wie aus meiner ersten Abhandlung vom Jahre 1898 hervorgeht, bereits ehemalig gedacht. Man verfolgte diesem Gedanken nicht weiter, weil sich in allen damaligen Fällen die Funkenbildung durch mechanische Ursachen erklären ließ. Inwieweit tatsächlich elektrische Wirkungen die Zündung veranlassen können, darüber sind die Akten noch nicht geschlossen; mit solchen Versuchen ist nunmehr auch Dr. Edelmann, Oberingenieur am bayerischen Gewerbemuseum, beschäftigt, so daß ich den Gesamtergebnissen nicht voreignen möchte.

Es würde zu weit führen, wollte ich die einzelnen, seit Jahren vorgekommenen Feuerausbrüche und deren Verlauf mitteilen. Jedenfalls hat man sich bestrebt, die Ursachen zu bannen und Vorsorge zu treffen, daß durch derartige Katastrophen möglichst wenig Unheil angerichtet werden kann. Dies

hat schon frühzeitig dazu geführt, Konstruktionsverbesserungen der Maschinen und Apparate vorzunehmen, so daß Funkenbildung auf mechanischem Wege tunlichst ausgeschlossen wurde. Die Explosionsvorgänge sind deshalb auch sehr zurückgegangen. Wie es vielfach im menschlichen Leben zugeht, werden immer erst dann Verbesserungen gebracht, wenn sich die bisherigen Anordnungen durch ein unheilvolles Vorkommnis als unzureichend erwiesen haben, und so hat auch der in einer Steigmühle vorgekommene Explosionsvorgang, welcher durch die Reibung des Schiebers verursacht war, zu einer Entfernung von diesem geführt.

Übrigens ist vor allem zu berücksichtigen, daß auch Aluminiumstaub außerhalb der Maschinen in den Fabrikationsräumen in größeren Mengen auftreten kann, und tatsächlich sind auch mehrere Fälle bekannt geworden, bei welchen Aluminiumstaub, besonders solcher, der auf Gebälken auflagerte, zu Feuerausbrüchen führte. Neuerdings hat man sich bestrebt, für eine möglichste Absaugung des Aluminiumstaubes Sorge zu tragen, und es steht auch zu hoffen, daß nach dieser Richtung hin bald größere Fortschritte zu verzeichnen sind. Trotz alledem ist aber auch im Auge zu behalten, daß durch Betriebsstörungen solche Absaugevorrichtungen versagen, wodurch unter Umständen erst recht unangenehme Zwischenfälle gezeigt werden können. Vor allem hat man deshalb darauf Bedacht genommen, Explosionsvorgänge und Feuerausbrüche auf ihren Entstehungsherd zu beschränken, und dies hat zu einer weitgehenden Dezentralisation der Fabrikanlagen geführt, wie dies aus der oberpolizeilichen Vorschrift der Kgl. Regierung von Mittelfranken, vom 23./12. 1901, klar hervorgeht. In dieser wird der Grundgedanke verfolgt, eine Trennung der einzelnen Arbeitsverfahren durchzuführen, die Bildung von Bronzestaub auf ein Mindestmaß zu beschränken, selbstverständlich auch Zündungen durch Licht oder Funken usw. zu verhindern. Größere Brandherde werden dadurch vermieden, daß lediglich Shedbauten aus Stein und Eisen als Fabriksräume in Anwendung kommen. Man hat den Einwand gemacht, daß Shedbauten aus Stein und Eisen als unnötig, sogar unter Umständen als nachteilig zu betrachten seien, weil sich Eisenkonstruktionen durch die in jüngster Zeit durchgeföhrten Feuerproben als wenig ausdauerfähig erwiesen hätten. Bei Aluminiumstaubexplosionen ist aber dieser Hinweis nicht stichhaltig. Tritt eine Explosion ein, so wird zunächst das Sheddach durchschlagen und die Feuersäule nach außen geführt. Sobald das Aluminium verbrannt ist, und dies vollzieht sich fast augenblicklich, ist der Vorgang zur Ruhe gelangt. Wenn nun auch das verbrennende Aluminium sehr hohe Temperaturen erzeugt, so ist doch die Flammeinwirkung eine so kurzzeitige, daß die Eisenkonstruktion in ihrer Tragfähigkeit nicht erschüttert wird. Tatsächlich ist die in einer Steigmühle vor sich gegangene Explosion in einem Sheddach derartig verlaufen, daß die Richtigkeit dieser Annahme vollständig bestätigt wurde. Ist dagegen Holz vorhanden, so wird dieses durch die große, wenn auch nur kurze Zeit währende Hitze des verbrennenden Aluminiums augenblicklich in Flamme gesetzt. Da sich häufig auch Aluminiumvorräte in den Räumen vorfinden, so ist bei Bauten mit Holzkonstruktionen

die Anwendung von Wasser ausgeschlossen, um gefährliche Wasserstoffexplosionen durch Wasserzersetzungen auszuschließen. Jedenfalls haben verschiedene Feuerausbrüche in älteren, aus Holzkonstruktionen bestehenden Fabrikräumen, bei welchen die Feuerwehr Wasser zur Anwendung brachte, bewiesen, daß dadurch großer Schaden angerichtet wird. Durch die bisherigen Maßnahmen hat man bereits außerordentlich viel erreicht, und so steht zu hoffen, daß es baldigst gelingen wird, Explosionsvorgänge in den Aluminiumbronzefabriken völlig auszuschalten.

Experiments:

1. Grobe Aluminiumbronze brennt nicht.
2. Aluminiumschliff läßt sich durch ein brennendes Zündholz entzünden.
3. Aufspritzen von Wasser auf glimmenden Aluminiumschliff. Wasserstoffflammen.
4. Vorführung des Weberschen Zerstäubungsapparates.
5. Vorführung einer Aluminiumbronzestaubexplosion im Stockmeierschen Apparate.

Zur Schwefelbestimmung im Pyrit.

Mitteilung aus dem
Chemischen Staats-Laboratorium in Hamburg.

Von M. DENNSTEDT und F. HASSLER.
(Eingeg. d. 30./7. 1906.)

Nach dem von Lunge und Stierlin an den VI. Internationalen Kongreß erstatteten Bericht über die Bestimmung der Schwefelsäure durch die Chlorbaryumfällung bei Gegenwart störender Substanzen soll eine Aufklärung über die Differenzen, die bei den Analysen des internationalen Pyritmusters in den verschiedenen Laboratorien aufgetreten sind, noch jetzt nicht möglich sein, da die betreffenden Chemiker angeben, genau nach der Lunge'schen Vorschrift sich gerichtet zu haben.

Lunge selbst sagt, er habe sich überzeugt, daß im Endergebnis die Vorschrift von Hintz und Weber in der Tat den Schwefelgehalt im Pyrit am richtigsten angibt. Gefunden hatten diese 48,79%, d. h. genau dasselbe, was auch im Chemischen Staatslaboratorium durch Verbrennung gefunden worden ist, 48,69—48,86%.

Wir können daher Lunge's Meinung nur zustimmen, daß dies die richtige Zahl sei und es fragt sich nur noch, wie die übrigen, auch von Lunge selbst gefundenen zu niedrigen Zahlen zu erklären sind. Unsere Erklärung, daß beim Aufschließen des Pyrits mit Salpeter-Salzsäure in wechselnder Menge basische Sulfate entstehen können, wird von Lunge zurückgewiesen, weil selbst „ein ganz wenig geübter“ Chemiker den zarten, gelben Rückstand von basischem Ferrisulfat nicht mit unaufgeschlossener Gangart verwechseln könne.

Bekanntlich ist das von Lunge ausgewählte internationale Pyritmuster sehr leicht aufschließbar, trotzdem sind im Chemischen Staatslaboratorium von verschiedenen und nicht bloß „von ganz wenig geübten“ Chemikern nach der Lunge'schen Vorschrift fast nie ganz klare Lösungen erhalten worden.

¹⁾ Siehe diese Z. 18, 1563 (1905).

Wir haben die Lösungen, was an sich ja nicht nötig ist, doch stets von dem Ammonzusatz filtriert und den gut ausgewaschenen Rückstand auf dem Filter, der manchmal nur wenige Milligramme, manchmal etwas mehr betrug, auf Schwefelsäure geprüft. Er wurde zu dem Ende entweder mit Soda und Salpeter geschmolzen oder mit Sodalösung extrahiert oder endlich am besten im Sauerstoffstrom verbrannt; fast in allen Fällen wurde noch Schwefelsäure gefunden, und zwar bis 0,3% Schwefel entsprechend, das ist aber gerade die Menge, die Herrn Lunge noch fehlt, und über deren Verbleib er sich nicht Rechenschaft geben kann. Wir sind überzeugt, daß Herr Lunge, wenn er unsere Versuche nur wiederholen wollte, zu demselben Resultate gelangen wird.

Wir wollen, obwohl das eigentlich selbstverständlich ist, nicht unerwähnt lassen, daß man bei den geringen Mengen Baryumsulfat, um die es sich hier handelt, nach dem Zusatz des Chlorbaryums noch einige Stunden auf dem heißen Wasserbade und dann noch mindestens 24 Stunden in der Kälte stehen lassen muß.

Wenn nun auch der bei der Analyse des internationalen Pyritmusters vorkommende Fehler an sich sehr gering und für die praktische Analyse ganz ohne Belang ist, so gibt es doch zahlreiche Pyrite, deren Aufschließung nicht so leicht gelingt, und die größere Mengen Rückstand liefern, bei denen dann der dadurch mögliche Fehler entsprechend größer werden kann.

Bedenkt man ferner, daß das Aufschließen mit Salpeter-Salzsäure eine sehr unangenehme und durch die unvermeidlichen Dämpfe belästigende Operation ist, die nebst dem Abdampfen, Filtrieren und Auswaschen verhältnismäßig lange Zeit in Anspruch nimmt, und dann doch noch nicht immer, wie gerade die Untersuchung des internationalen Pyritmusters durch anerkannte Analytiker beweist, ein absolut genaues Resultat gibt, so wird gewiß mancher gern diese Methode durch eine andere ersetzen, die diese Unannehmlichkeiten vermeidet.

Wir haben bereits früher gezeigt²⁾, daß die Verbrennung nach der Methode der vereinfachten Elementaranalyse im Sauerstoffstrom zu absolut genauen Resultaten führt. Im Hinblick auf die großen Vorteile gegenüber der Lunge'schen Methode haben wir geglaubt, uns noch weiter mit dem Problem beschäftigen zu sollen, namentlich, um die Methode noch handlicher und vor allen Dingen weniger zeitraubend zu gestalten. Das ist dadurch gelungen, daß wir an Stelle der früher vorgeschlagenen beiderseits offenen Einsatzröhren nunmehr die doppelte Sauerstoffzuleitung³⁾ benutzen. Es hat sich gezeigt, daß man damit die Analyse derart beschleunigen kann, daß die eigentliche Verbrennung in einer halben Stunde beendet ist. Die Ausführung selbst, die für den, der die Methode der vereinfachten Elementaranalyse kennt, kaum einer Erläuterung bedarf, ist in der neuen Auflage der Anleitung⁴⁾ genau beschrieben worden. Hier wollen wir nur kurz erwähnen, daß die Absorption der

²⁾ Siehe diese Z. 18, 1562 (1905).

³⁾ Siehe diese Z. 19, 517 (1906).

⁴⁾ M. Dennstedt, Anleitung zur vereinfachten Elementaranalyse, 2. Aufl. 1906, Hamburg, Otto Meissners Verlag.